

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 58217441  
PUBLICATION DATE : 17-12-83

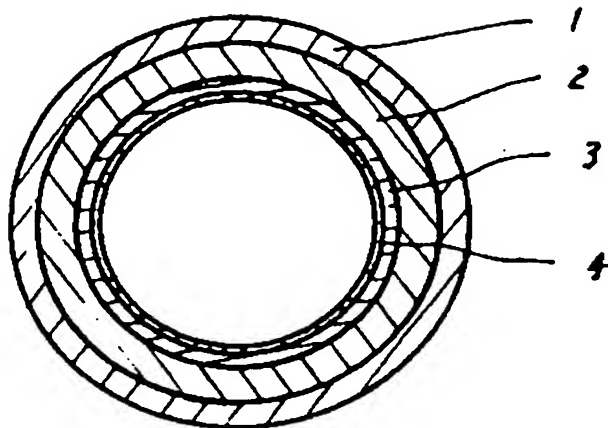
APPLICATION DATE : 09-06-82  
APPLICATION NUMBER : 57099049

APPLICANT : HITACHI CABLE LTD;

INVENTOR : KAJIOKA HIROSHI;

INT.CL. : C03B 37/00

TITLE : MANUFACTURE OF BASE MATERIAL  
FOR OPTICAL FIBER



**ABSTRACT :** **PURPOSE:** To obtain a base material for an optical fiber having a uniform refractive index distribution, by depositing a core layer on the inner wall of a quartz pipe as the uppermost layer in a fine-grained state by chemical vapor deposition, heating the pipe while feeding gaseous He to remove impurities such as OH groups from the core layer, and making the pipe solid.

**CONSTITUTION:** A barrier layer 2, a clad layer 3 and a core layer 4 are successively deposited on the inner wall of a quartz pipe 1 by a chemical vapor deposition method. The layer 4 is deposited in a porous fine-grained state. While feeding gaseous He or a gaseous mixture of gaseous He with other gas such as gaseous  $\text{Cl}_2$ , the pipe 1 is heated at a temp. at which the layer 4 is not sintered. After removing impurities such as OH groups from the layer 4 by the heating, the pipe 1 is gradually made solid by heating from one end with a burner. Thus, a base material for an optical fiber is obtd. A single-mode optical fiber having an almost uniform refractive index distribution in the core or an optical fiber retaining its plane of polarization can be manufactured using the base material.

**COPYRIGHT:** (C)1983,JPO&Japio

**U.S. Application No. 10/502,455**  
**Attorney Docket No. 11281-044-999**  
**Reference No. B03**

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—217441

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00

識別記号

庁内整理番号  
6602—4G

⑭ 公開 昭和58年(1983)12月17日

発明の数 2  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 光ファイバ母材の製造方法

⑯ 特 願 昭57—99049

⑰ 出 願 昭57(1982)6月9日

⑱ 発 明 者 新沢正治  
日立市日高町5丁目1番地日立  
電線株式会社日高工場内

⑲ 発 明 者 徳永利秀  
日立市日高町5丁目1番地日立

電線株式会社電線研究所内

⑳ 発 明 者 梶岡博  
日立市日高町5丁目1番地日立  
電線株式会社電線研究所内

㉑ 出 願 人 日立電線株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目1  
番2号

㉒ 代 理 人 弁理士 佐藤不二雄

明 細 書

発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

特許請求の範囲

1. 化学気相堆積法により石英管内壁に  $SiO_2$  を主成分とするバリヤ層とクラッド層とコア層とを順次堆積させ、その後片端より加熱バーナで順次加熱して中実化を行つて光ファイバ母材を製造する方法において、前記コア層はポーラスな微粒子状態で堆積させた後、ヘリウムガスまたはヘリウムガスと他のガスとの混合ガスを流しながら前記コア層が焼結されない範囲の温度で加熱して前記コア層のOH基などの不純物を除去し、その後、前記中実化を行つてシングルモード光ファイバ用光ファイバ母材とすることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。
2. 化学気相堆積法により石英管内壁に  $SiO_2$  を主成分とするバリヤ層とクラッド層とコア層とを順次堆積させ、その後片端より加熱バーナで順次加熱して中実化を行つて光ファイバ母材を製造する方法において、前記バリヤ層として

$SiO_2$  を多量に含むガラス層を堆積させ、前記コア層はポーラスな微粒子状態で堆積させた後、ヘリウムガスまたはヘリウムガスと他のガスとの混合ガスを流しながら前記コア層が焼結されない範囲の温度で加熱して前記コア層のOH基などの不純物を除去し、その後前記石英管の一端を塞いで前記石英管内を減圧状態にして前記中実化を行つて偏波面保存光ファイバ用光ファイバ母材とすることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

3. 前記ヘリウムガスに混合するその他のガスが塩素ガスである特許請求の範囲第2項記載の光ファイバ母材の製造方法。

発明の詳細な説明

本発明は光ファイバ母材の製造方法に係り、特にコア層のOH基(水分)などの不純物を除去でき、屈折率分布の乱れが少ないシングルモード光ファイバまたは偏波面保存光ファイバを作製するのに好適な化学気相堆積法(以下MOCVD法という。)にもとづく光ファイバ母材の製造方法に関

するものである。

M C V D法により石英管内壁にバリヤ層、クラッド層、コア層を順次堆積させ、その後、片端より加熱バーナで順次加熱して中実化を行つて光ファイバ母材を製造する方法はよく知られている。しかし、従来の製造方法においては、石英管内に流した原料ガスを化学気相反応させてガラス微粉末を生成してこれを石英管内壁に堆積させる工程と、これを焼結させて透明なガラス層とする工程とが連続して行われているため、次のような欠点を有していた。すなわち、

- (1) 原料ガス中に混入している不純分、特に水分が堆積ガラス層に取り込まれた場合、これを除去することができない。
- (2) 化学気相反応を繰り返し行いようにして多相のガラス層を堆積させる場合、屈折率を制御するために入れているドーパントが焼結時の熱で一部蒸発飛散し（特にドーパントが $\text{GeO}_2$ の場合この現象が顕著である。）、屈折率分布に年輪状の縞を作るため、特にコア径の小さいシ

粒子状で堆積させた後、ヘリウムガスまたはヘリウムガスと塩素ガスなどの他のガスとの混合ガスを流しながら上記コア層が焼結されない範囲の温度で加熱して上記コア層の $\text{OH}$ 基などの不純物を除去し、その後内壁に上記バリヤ層、クラッド層、上記コア層とを順次堆積させた石英管の一端を塞いで上記石英管内を減圧状態にして上記中実化を行つて偏波面保存光ファイバ用光ファイバ母材を製造するようにした点にある。

以下本発明の製造方法の実施例を第1図～第3図を用いて詳細に説明する。

#### 実施例1

石英管として外径20mm、内径16mmの熔融石英管を用い、まずその内壁に $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{PoCl}_3$ 、 $\text{GeCl}_4$ よりなる原料ガスを用いてM C V D法によつて上記石英管とほぼ同等の屈折率を持つバリヤ層を堆積させる。次に、バリヤ層であるガラス層の内側に $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{PoCl}_3$ 、 $\text{GeCl}_4$ 、 $\text{CF}_3\text{Cl}$ よりなる原料ガスを用い、上記と同様にして、 $\text{B}_2\text{O}_3$ を含まず、しかも、石英とほぼ同

シングルモード光ファイバ用の光ファイバ母材を製造した場合、これより作製される光ファイバは、安定した屈折率分布が得られないばかりか、伝送損失が大きくなる。

本発明は上記に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、コア層の $\text{OH}$ 基などの不純物を除去でき、コア内部の屈折率分布の乱れが少ないシングルモード光ファイバまたは偏波面保存光ファイバを作製できる光ファイバ母材の製造方法を提供することにある。

本発明の第1の特徴は、コア層はポーラスな微粒子状態で堆積させた後、ヘリウムガスまたはヘリウムガスに塩素ガスなどの他のガスとの混合ガスを流しながら上記コア層が焼結されない範囲の温度で加熱して上記コア層の $\text{OH}$ 基などの不純物を除去し、その後片端より加熱バーナで順次加熱して中実化を行つてシングルモード光ファイバ用光ファイバ母材を製造するようにした点にある。第2の特徴は、バリヤ層として $\text{B}_2\text{O}_3$ を多量に含むガラス層を堆積させ、コア層はポーラスな微

等の屈折率を持つクラッド層を堆積させる。 $\text{B}_2\text{O}_3$ を含まないようにしたのは、 $1.1\mu\text{m}$ 以上の長波長帯において、 $\text{B}_2\text{O}_3$ が特有の吸収損失を引き起すためである。

次に、上記クラッド層までを堆積させた石英管を酸素ガスを流しながら化学気相反応時よりも高温で加熱して内面を均一化し、その後、クラッド層であるガラス層の内側に $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ よりなる原料ガスを用いて、通常の化学気相反応時よりも $150\sim 200^\circ\text{C}$ 低い $1300^\circ\text{C}$ 前後の温度で加熱することによりポーラスな微粒子状態にコア層を2回堆積させる。次に、高純度のヘリウムガスを流しながら上記コア層が焼結されない範囲の温度である約 $1200^\circ\text{C}$ の温度で加熱処理を行い、上記コア層の $\text{OH}$ 基などの不純物を除去してから、上記石英管の内部をヘリウムガスで満たした状態で内圧が外部より $5\sim 10\text{mmHg}$ 高くなるようにして片端より加熱バーナで順次加熱して中実化を行い、気泡を含まないシングルモード光ファイバを作製するための光ファイバ母材を製造するようにした。

なお、第1図は各層を堆積させた中実化前のプリ光ファイバ母材の断面図、第2図は中実化して得られた光ファイバ母材の断面図で、第1図において、1は石英管、2はバリヤ層、3はクラッド層、4はコア層で、第2図において、5は石英、6はバリヤ、7はクラッド、8はコアである。

上記した本発明の方法の実施例によれば、コア8のOH基(水分)などの不純物の含有量が少なくなり、製造された光ファイバ母材からシングルモード光ファイバを作製したとき、シングルモード光ファイバのコア内部の屈折率分布の乱れが少なく、長波長帯(1.3~1.6 $\mu$ m)において特に低伝送損失(1dB/km以下)のものが得られた。  
実施例2

実施例1と同様の石英管を用い、まず、その内壁にSiCl<sub>4</sub>、BCl<sub>3</sub>、POCl<sub>3</sub>、GeCl<sub>4</sub>よりなる原料ガスを用いてMCVD法によつて10モル%以上の高濃度のB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を含むバリヤ層を堆積させる。

その後、実施例1の場合と同様にしてポーラスな

微粒子状のコア層までを順次堆積させ、コア層の加熱処理まで行つてOH基などの不純物を除去してから、石英管の内部をヘリウムガスで満した状態で一端を塞いで内圧を外部より5~20mmHg程度減圧し、一端を塞いだ片端より加熱バーナで順次加熱してバリヤ層を楕円化させながら中実化を行い、コアに非対称な応力を加えることを特徴とする偏波面保存光ファイバを作製するための光ファイバ母材を製造するようにした。

なお、第3図はこのようにして製造した偏波面保存光ファイバ母材の断面図で、5は石英、9は断面が楕円形のバリヤ(ジャケットともいう。)、7はクラッド、8はコアである。

この場合も実施例1の場合と同様、製造された光ファイバ母材から偏波面保存光ファイバを作製したとき、コア内部の屈折率分布の乱れが少なく、長波長帯において低伝送損失のものが得られた。

なお、実施例1、2において、コア層のOH基などの不純物を除去するときヘリウムガスを流すようにしたが、それをヘリウムガスと塩素ガスと

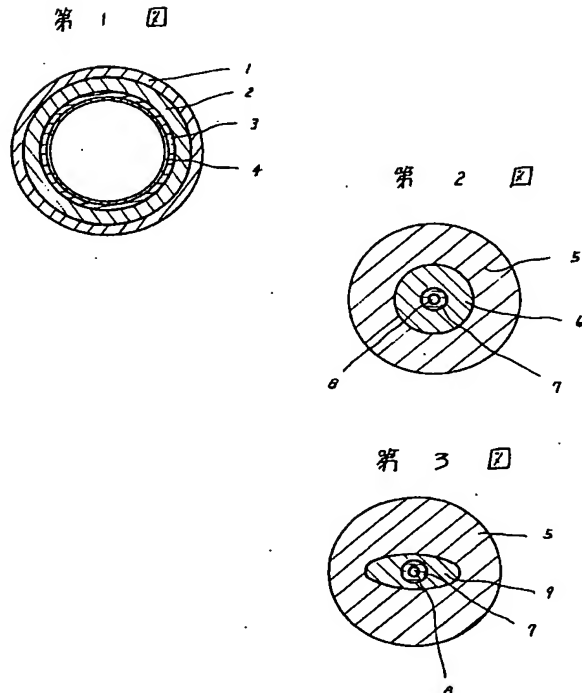
の混合ガスに代えてもよく、このようにするとOH基をさらに除去することができる。

以上説明したように、本発明によれば、コア層のOH基などの不純物を除去でき、コア内部の屈折率分布の乱れが少なく、低伝送損のシングルモード光ファイバまたは偏波面保存光ファイバを作製できる光ファイバ母材を製造することができるという効果がある。

#### 図面の簡単な説明

第1図は各層を堆積させた中実化前のプリ光ファイバ母材の断面図、第2図は第1図の母材を中実化して得られたシングルモード光ファイバ用光ファイバ母材の断面図、第3図は偏波面保存光ファイバ用光ファイバ母材の断面図である。

1:石英管、2:バリヤ層、3:クラッド層、4:コア層。



代理人 弁理士 佐藤 不二雄

